

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-217908

(43)Date of publication of application : 27.08.1996

---

(51)Int. Cl.

C08K 3/00

C08J 5/10

C08K 3/22

C08L101/00

---

(21)Application number : 07-025719

(71)Applicant : SUMITOMO OSAKA CEMENT CO LTD

(22)Date of filing : 14.02.1995

(72)Inventor : SAITO MITSUMASA  
OSADA KAZUHIKO

---

## (54) ADDITIVE FOR RESIN AND TRANSPARENT RESIN MOLDING

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain a persistent additive for resins, capable of being added to a resin in a milling step and capable of imparting heat-ray-shielding properties and processability to the resin by mixing a specified liquid substance with a specified compound.

**CONSTITUTION:** This additive is prepared by mixing a liquid substance (e.g. di-2-ethylhexyl phthalate) which, when added to a polymeric substance (e.g. polyvinyl butyral resin), improves the processability of the resin or changes its physical properties and is desirably a plasticizer, with a heat-ray-shielding inorganic compound which is desirably a solid solution of tin oxide and antimony oxide or a solid solution of indium oxide and tin oxide. It is desirable that 1-150 pts.wt. heat-ray-shielding inorganic compound is used per 100 pts.wt. plasticizer.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

12.05.1997

[Patent number]

3040681

[Date of registration]

03.03.2000

---

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

特許第3040681号

(P3040681)

(45) 発行日 平成12年 5 月15日 (2000. 5. 15)

(24) 登録日 平成12年 3 月 3 日 (2000. 3. 3)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

C 0 8 J 3/20

C 0 8 J 3/20

B

C 0 8 K 3/22

C 0 8 K 3/22

C 0 8 L 101/16

C 0 8 L 101/00

請求項の数 3 (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平7-25719

(22) 出願日 平成 7 年 2 月14日 (1995. 2. 14)

(65) 公開番号 特開平8-217908

(43) 公開日 平成 8 年 8 月27日 (1996. 8. 27)

審査請求日 平成 9 年 5 月12日 (1997. 5. 12)

(73) 特許権者 000183266

住友大阪セメント株式会社

東京都千代田区神田美土代町 1 番地

(72) 発明者 斉藤 光正

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪

セメント株式会社 新材料事業部

(72) 発明者 長田 和彦

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪

セメント株式会社 新材料事業部

(74) 代理人 100075199

弁理士 土橋 皓

審査官 藤本 保

(56) 参考文献 特開 平 3 - 182527 (J P, A)

(58) 調査した分野 (Int.Cl.<sup>7</sup>, D B 名)

C08K 3/00 - 3/40

(54) 【発明の名称】 透明樹脂成形体の製造方法および透明樹脂成形体

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 粒径  $0.1\mu\text{m}$  以下の熱線遮蔽性無機化合物が分散した可塑剤を透明樹脂に添加し、この透明樹脂を成形することを特徴とする透明樹脂成形体の製造方法。

【請求項 2】 前記熱線遮蔽性無機化合物が、酸化スズと酸化アンチモンとの固溶体または酸化インジウムと酸化スズとの固溶体のいずれかであることを特徴とする請求項 1 記載の透明樹脂成形体の製造方法。

【請求項 3】 請求項 1 記載の製造方法により製造されたことを特徴とする透明樹脂成形体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は可塑性および熱線遮蔽性を付与するための樹脂用添加剤、およびその樹脂用添加剤を添加して形成させた透明樹脂成形体に関する。

2

【0002】

【従来の技術】 従来、透明樹脂に熱線遮蔽性能を付与しようとする場合、近赤外線吸収能力のある有機色素を添加する方法、樹脂表面に熱線反射膜を形成する方法、および熱線遮蔽性のある無機物質を練り込む方法が考えられる。

【0003】 有機色素を添加する方法は、シニアン系化合物、スクワリリウム系化合物、チオールニッケル系化合物、フタロシアニン系化合物、トリアリルメタン系化合物、ナフトキノロン系化合物、アントラキノロン系化合物、イモニウム系化合物、ジイモニウム系化合物、アミノ系化合物等の近赤外線の吸収能力を有する有機化合物を用いるものであるが、前記化合物は耐光性が劣り、長期的に効果を維持できないため、ごく限られた用途しか用いることができない。

10

【0004】また、樹脂の表面に熱線反射膜を成形する方法は、スパッタリング法、真空蒸着法等の薄膜形成技術を用いて、金属薄膜や透明導電薄膜を形成する方法であるが、長期的な耐久性はあるものの、製造可能な樹脂の大きさが制限され、また製造コストが高くなる。

【0005】また、樹脂中に熱線遮蔽性の無機物質を練り込む方法は、有機色素添加方法と熱線反射膜成形方法との問題点は解消できるが、高粘性の樹脂溶融体に無機物質を均一に分散させることが困難であり、無機物質の練込みにより樹脂の色調が変わり、透明性を著しく損なうことになる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】従来の樹脂中に熱線遮蔽性の無機物質を練り込む技術においては、高粘性の樹脂溶融体に無機物質を均一に分散させて練り込むことが困難であるため、樹脂の色調が変わり、透明性を著しく損なうといった問題点があった。

【0007】本発明は、従来の技術における前記問題点を解消するためのものであり、そのための課題は、長期耐久性があり、製造可能な大きさに制限がなく、製造コストの安価で、熱遮蔽性を付与できる透明樹脂成形体の製造方法および透明樹脂成形体を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、樹脂練込み時に添加することが可能で、樹脂の色調および透明性を変えることのない、熱線遮蔽性の透明樹脂成形体を作るための添加剤につき鋭意検討した結果、樹脂の加工性の改善または物理的性状を変化させる添加剤、すなわち、可塑性樹脂において、可塑剤中に熱線遮蔽性の無機化合物微粒子を分散させることにより、前記問題点を解決することが可能であることを見出し、本発明に至った。

【0009】すなわち、本発明における請求項1記載の透明樹脂成形体の製造方法は、粒径 $0.1\mu\text{m}$ 以下の熱線遮蔽性無機化合物が分散した可塑剤を透明樹脂に添加し、この透明樹脂を成形することを特徴とする。

【0010】そして、請求項2記載の透明樹脂成形体の製造方法は、前記熱線遮蔽性無機化合物が、酸化スズと酸化アンチモンとの固溶体または酸化インジウムと酸化スズとの固溶体のいずれかであることを特徴とする。

【0011】また、請求項3記載の透明樹脂成形体は、請求項1記載の製造方法により製造されたことを特徴とする。

【0012】〔発明の具体的説明〕以下、本発明をさらに詳しく説明する。本発明の樹脂用添加剤は、可塑性を用いる樹脂または可塑性を要する樹脂に添加する可塑剤中に熱線遮蔽性の無機物質を分散させることを特徴とする。本発明に用いる可塑剤としては、従来より用いられている可塑剤がそのまま使用可能である。

【0013】例えば、リン酸エステル、フタル酸エステ

ル、脂肪族一塩基酸エステル、脂肪族二塩基酸エステル、二価アルコールエステル、オキシ酸エステル等が挙げられる。リン酸エステルとしては、リン酸トリブチル、リン酸トリ-2-エチルヘキシル、リン酸トリフェニル、リン酸トリクレシル等を例示することができる。フタル酸エステルとしては、フタル酸ジメチル、フタル酸ジエチル、フタル酸ジヘプチル、フタル酸ジ-n-オクチル、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル、フタル酸ジイソニル、フタル酸オクチルデシル、フタル酸ジイソデシル、フタル酸ブチルベンジル等を例示することができる。

【0014】脂肪族一塩基酸エステルとしては、オレイン酸ブチル、グリセリンモノオレイン酸エステル等を例示することができる。脂肪族二塩基酸エステルとしては、アジピン酸ジブチル、アジピン酸ジ-n-ヘキシル、アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル、アジピン酸アルキル610、アゼライン酸ジ-2-エチルヘキシル、セバシン酸ジブチル、セバシン酸ジ-2-エチルヘキシル等を例示することができる。

【0015】二価アルコールエステルとしては、ジエチレングリコールジベンゾエート、トリエチレングリコール-2-エチルブチラート等を例示することができる。オキシ酸エステルとしては、アセチルリシノール酸メチル、アセチルリシノール酸ブチル、ブチルフタルルブチルグリコレート、アセチルクエン酸トリブチル等を例示することができる。

【0016】その他のものとして、トリメリット酸化合物、エポキシ脂肪酸エステル、エポキシ化油脂、塩素化パラフィン、塩素化ビフェニル-2-ニトロビフェニル、ジノニルナフタリン、トルエンスルホンエチルアミド、ショウ脳、アビエチン酸メチル等を挙げることができる。

【0017】熱線遮蔽性無機物質としては、金属粉末および金属酸化物、金属硫化物、金属窒化物、金属炭化物等の金属化合物を用いることができる。前記無機物質のうち、樹脂に練り込んだ際に、透明性および熱線遮蔽性が確保できるものとしては、導電性金属酸化物が適している。

【0018】導電性金属酸化物としては、酸化スズ、酸化インジウム、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化鉄、酸化バナジウム、酸化レニウム、酸化ルテニウム、酸化タンゲステン、酸化クロム、酸化モリブデン等を例示することができる。これらの導電性金属酸化物の中で、本発明の用途には、酸化スズ、酸化インジウムが透明性、熱線遮蔽性、共に優れており、特に好適である。

【0019】さらに、熱線遮蔽性能を向上させるために、異種金属イオンを固溶させることが望ましく、酸化スズにおいてはアンチモンを、酸化インジウムにおいてはスズを固溶させることが望ましい。

【0020】酸化スズ、酸化インジウムの製造方法に

は、特に制限はなく、従来の方法を採用することができる。しかしながら、樹脂中に分散した際に透明性を損なわないものとするために、粒径を $0.1\mu\text{m}$ 以下にする必要がある。粒径が $0.1\mu\text{m}$ を越えた場合は、可視光が粒子により散乱されるため透明性が得られない。

【0021】酸化スズ、酸化インジウムを前記可塑剤中に分散する方法としては、従来よりある分散方法を採用できるが、粒径を $0.1\mu\text{m}$ 以下に効率よく分散するためにサンドグライNDER、ホモジナイザー、超音波分散機等を用いることが望ましい。このときに、分散剤を適量用いることは差し支えない。

【0022】また、可塑剤の粘度が高く分散が困難な場合は、溶剤で希釈して分散するか、予め溶剤に分散してから可塑剤と混合する方法が採用できる。この場合、溶剤を除去する必要がある場合は、蒸留により除去することが可能である。

【0023】可塑剤と熱線遮蔽性無機化合物の混合割合は、可塑剤100重量部に対して熱線遮蔽性無機化合物が1～150重量部である。熱線遮蔽性無機化合物が1重量部に満たない場合は、樹脂に添加した時に遮蔽物質の量が少な過ぎて、十分な遮蔽性能が得られない。また、150重量部を越えた場合は、均一に分散することができず、透明な樹脂が得られない。

【0024】本発明の樹脂成形体は、前記熱線遮蔽性物質を分散した可塑剤を従来と同一の方法により添加し、フィルム状または板状に成形したものである。本発明の樹脂成形体には、前記添加剤を、遮蔽性能により熱線遮蔽性無機化合物が $0.4\text{g}/\text{m}^2$ 以上となるように添加する。

【0025】用いる樹脂としては、アセチルセルロース、エチルセルロース、セルロースアセテートブチレート、ニトロセルロース、ポリメタクリル酸エステル、ポリ酢酸ビニル、ポリビニルアルコール、ポリ塩化ビニル、ポリスチレン、フェノール樹脂、エポキシ樹脂等を挙げることができる。

【0026】

【実施例】以下に、本発明を実施例にてさらに詳しく説明する。

(実施例1)

【SnO<sub>2</sub>の作製】46.2重量部のSbCl<sub>3</sub>と670重量部のSnCl<sub>4</sub>・5H<sub>2</sub>Oとを3000重量部の6N-HCl溶液に溶解し、これに25%のアンモニア液2000重量部を添加して反応させ、ゾル状分散液を得、これを塩化アンモニウムが検出できなくなるまでろ過洗浄した。次いで、これを密閉容器で350℃に加熱し、5時間保持した後、冷却過程で水蒸気を放出し、固形分25重量%まで濃縮し、平均粒径50Åのアンチモンを固溶した酸化スズ（以下、ATOと略記する）分散液を得た。この分散液400重量部にオクタデシルアミンを10重量部添加し、凝集沈殿物を得た。この凝集物

を濾過により取り出し、100℃にて2時間乾燥し、ATO粉末を得た。

【0027】〔可塑剤への分散〕前記ATO粉末36.3重量部とトルエン73.7重量部を混合し、超音波分散機により5分間分散した。この分散液にアニオン系界面活性剤の10%トルエン溶液を3重量部添加してよく混合し、さらにフタル酸ジ-2-エチルヘキシルを114重量部混合した。この混合液を95℃で15分間減圧蒸留し、トルエンを除去した。この液はフタル酸ジ-2-エチルヘキシルにATOが20%均一に分散した液である。

【0028】〔樹脂への練り込み〕ポリビニルブチラル樹脂100重量部に対し、上記分散液を5重量部、さらにフタル酸ジ-2-エチルヘキシルを35重量部、および、紫外線吸収剤（チバガイギー社製、商品名：チヌビンP）0.15重量部を混合し、十分練り合わせ、これを押出成形することにより厚さ0.76mmのポリビニルブチラルのフィルムを作製した。作製したポリビニルブチラルフィルムの光学特性を図1に示す。

【0029】（実施例2）

【In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の作製】塩化インジウム154.5重量部、塩化第二スズ5.2重量部を純水2000重量部に溶解して均一溶液とし、これにアンモニア水をpHが12になるまで加え、白色の沈殿を得た。この沈殿を塩化アンモニウムが検出できなくなるまで濾過、洗浄し、110℃で乾燥後、ボールミルにより1時間粉碎して白色粉末とした。得られた白色粉末を大気中450℃で5分間、さらにN<sub>2</sub>とH<sub>2</sub>の混合ガス中で275℃、40分間焼成した。得られた粉末は、粒径が $0.03\mu\text{m}$ で、酸化スズが3重量%固溶した酸化インジウム（以下、ITO）である。

【0030】〔可塑剤への分散〕前記ITO粉末を30重量部、フタル酸ジ-2-エチルヘキシルを70重量部、アニオン系界面活性剤を3重量部混合し、サンドグライNDERにより3分間分散した。

【0031】〔樹脂への練り込み〕ポリビニルブチラル樹脂100重量部に対し、上記分散液を2重量部、さらにフタル酸ジ-2-エチルヘキシルを38重量部、および、紫外線吸収剤（チバガイギー社製、商品名：チヌビンP）0.15重量部を混合し、十分練り合わせ、これを押出成形することにより厚さ0.76mmのポリビニルブチラルのフィルムを作製した。作製したポリビニルブチラルフィルムの光学特性を図1に示す。

【0032】

【発明の効果】以上のように本発明の請求項1記載の透明樹脂成形体の製造方法は、粒径 $0.1\mu\text{m}$ 以下の熱線遮蔽性無機化合物が分散した可塑剤を透明樹脂に添加し、この透明樹脂を成形することにより、長期耐久性を持たせ、製造可能な大きさに制限をなくし、製造コストを安価にするとともに熱遮蔽性を付与することができる。

【0033】また、請求項2記載の透明樹脂成形体の製造方法は、前記熱線遮蔽性無機化合物が、酸化スズと酸化アンチモンとの固溶体または酸化インジウムと酸化スズとの固溶体のいずれかであることから、透明性および熱遮蔽性を効果的に付与することができる。

【0034】さらにまた、請求項3記載の透明樹脂成形体は、請求項1記載の製造方法により製造されたことに

より、長期耐久性を有し、製造可能な大きさに制限がなく、製造コストが安価な熱遮蔽性に優れた透明樹脂成形体を実現することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による樹脂フィルムの光学特性を示すグラフである。

【図1】

